

10/526 956
Rec'd PCT/EP 03/09605
#2
BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 41 482.3

Anmeldetag: 7. September 2002

Anmelder/Inhaber: Cognis Deutschland GmbH & Co KG,
Düsseldorf/DE

Bezeichnung: Anlage und Verfahren zum Durchführen einer dis-
kontinuierlichen Rektifikation der Reaktion

IPC: B 01 D 3/00

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprüng-
lichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 2. Mai 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

BEST AVAILABLE COPY *Jerofsky*

Patentanmeldung
C 2658

Anlage und Verfahren zum Durchführen einer diskontinuierlichen Rektifikation oder Reaktion

Die Erfindung betrifft zum einen eine Anlage zum Durchführen einer diskontinuierlichen Rektifikation in einer Rektifikationskolonne oder zum Durchführen einer chemischen Reaktion in einem Batchreaktor mit einer aufgesetzten Rektifikationskolonne, wobei die Rektifikationskolonne unter totalem Rückfluss betreibbar ist und mindestens einen Kolonnenabschnitt zum Stoffaustausch, mindestens einen unterhalb des Kolonnenabschnitts angeordneten Produktbehälter zum Auffangen und Zwischenspeichern der durch den Kolonnenabschnitt nach unten gestromten Flüssigkeit und mindestens einen weiteren Produktbehälter zum Auffangen und Zwischenspeichern des Kopfprodukts aufweist.

Der Kolonnenabschnitt zum Stoffaustausch kann je nach Art der Rektifikationskolonne unterschiedlich ausgebildet sein. Es können Boden- und Füllkörperkolonnen sowie Sonderkonstruktionen wie Film- und Rieselkolonnen und auch Rektifikationskolonnen mit rotierenden Einsätzen (Sprühkolonnen) und andere Bauarten verwendet werden. Die Erfindung ist nicht auf eine bestimmte Art von Kolonne eingeschränkt. Bevorzugt ist jedoch, wie weiter unten noch dargelegt wird, eine Füllkörperkolonne mit eingebauten Packungen.

Bei der konventionellen Durchführung der diskontinuierlichen Destillation ("Batch Distillation") oder Rektifikation trennt man die einzelnen Fraktionen in der Reihenfolge ihrer Flüchtigkeit nacheinander über Kopf ab. Dabei strebt man an, die einzelnen Fraktionen in zeitlich konstanter Konzentration bei allmählich ansteigendem Rücklaufverhältnis zu entnehmen. Nachteilig ist hier, dass das Rücklaufverhältnis möglichst genau geregelt werden muss und dass Bedienungsfehler während der Produktion die bereits erreichte Reinheit des angesammelten Produktes wieder stark verschlechtern können. Dabei kann die letzte Produktmenge, die in den Produkttank gelangt, die Qualität des Inhalts so stark verschlechtern, so dass eine erneute Aufarbeitung des gesamten Tankinhalts notwendig ist. Dies gilt insbesondere, wenn sehr hohe Produktreinheiten erreicht werden müssen oder sollen.

Zur Lösung dieses Problems ist es bekannt, die diskontinuierliche Rektifikation unter totalem Rückfluss zu betreiben und am Kopf der Kolonne und eventuell auch im mittleren Bereich Produktbehälter vorzusehen, die zum Auffangen und zeitlich verzögertem Abgeben der an der bestimmten Stelle der Kolonne anfallenden Flüssigkeit dienen. Diese Produktbehälter dienen also zum Zwischenspeichern der an der jeweiligen Stelle der Kolonne anfallenden Flüssigkeit.

Vor einigen Jahren wurde diese "Multivessel Batch Distillation" näher untersucht. Die experimentellen Untersuchungen wurden jedoch nur im Labormaßstab und Technikumsmaßstab durchgeführt (Warter, Michael: "Batch-Rektifikation mit Mittelbehälter", **Fortschr.-Ber. VDI Reihe 3 Nr. 686, VDI Verlag Düsseldorf, 2001**).

Der erste Vorteil dieser so genannten "zyklischen Fahrweise" besteht darin, dass die bestmögliche theoretische Trennleistung für die verwendete Anlage zu erzielen ist. Das kann sehr leicht im bekannten McCabe-Thiele-Diagramm für binäre Gemische grafisch bewiesen werden, da in diesem Fall die Arbeitsgerade mit der Diagonalen zusammenfällt, so dass die beste Trennleistung erreicht wird. Daher eignet sich die "Multivessel Batch Distillation" besonders für die Herstellung von Produkten hoher Reinheit. Hier besteht der Vorteil darin, dass keine Strategien für die laufende Änderung des Rücklaufverhältnisses erforderlich sind, wie dies üblicherweise bei der konventionellen Batchrektifikation der Fall ist.

Der zweite Vorteil der zyklischen Fahrweise besteht darin, dass man mit der "Multivessel Batch Distillation" die Herstellung definierter Produktqualitäten sehr sicher durchführen kann. Bei der zyklischen Fahrweise verlässt den System-Bilanzraum zunächst einmal kein Produkt, da keine Weiterleitung in die Produkttanks erfolgt. Erst wenn die Produktqualitäten den vorgegebenen Qualitätsanforderungen genügen, erfolgt ein Umpumpen in die Produkttanks. Damit werden die Möglichkeiten von Bedienungsfehlern während der Produktion außerordentlich stark eingeschränkt. Das ist besonders bei der Herstellung von Produkten mit sehr hohen Reinheitsanforderungen wichtig. Bei der konventionellen Batchrektifikation kann bei einem Bedienungsfehler nämlich gerade die letzte Produktmenge, die in den Produkttank geleitet wird, die Qualität des bis dann angesammelten hochreinen Produkts im Tank entscheidend verschlechtern. Dieser Nachteil wird bei der zyklischen Fahrweise durch die beschriebene Vorgehensweise vermieden.

Weitere Vorteile der zyklischen Fahrweise liegen in der gleichzeitigen Herstellung mehrerer verkaufsfähiger Produkte über alle Produktbehälter, in einer Zeitsparnis und in möglichen Energieeinsparungen aufgrund des wärmeintegrierten Systems und damit in einer Senkung der Herstellungskosten.

Einen speziellen Fall der "Multivessel Batch Distillation" stellt eine Kolonne mit nur einem oberen Produktbehälter (Kopf-/Destillatbehälter) und mit dem Sumpfbereich als weiterem Produktbehälter dar. In diesem Fall können natürlich gleichzeitig nur zwei Produkte, nämlich Kopf- und Sumpfprodukt unter totalem Rücklauf hergestellt werden.

Allerdings treten bei der zyklischen Fahrweise schwerwiegende Probleme auf, wenn diese im industriellen Produktionsmaßstab durchgeführt werden soll, wie im folgenden erläutert wird. Innerhalb der in Figur 1 dargestellten bekannten Rektifikationskolonne 1 bildet sich natürlich ein Konzentrationsprofil aus. Dabei sind in den einzelnen Kolonnenabschnitten jeweils mindestens zwei Komponenten und üblicherweise mehrere Komponenten vorhanden. Das bedeutet, dass zum Beispiel im unteren Kolonnenabschnitt mit den Packungen 7, 8 immer eine oder mehrere Komponenten aus dem zweiten Produkt 3' und dritten Produkt 4' vorhanden sein müssen. Das gleiche gilt für alle anderen Kolonnenabschnitte. Diese Komponenten bilden den Flüssigkeitsinhalt ("Holdup") innerhalb der Kolonne, der sich aus dem Holdup auf den Füllkörpern und Packungen zusammensetzt. Besonders in Kolonnen mit modernen Packungen ist außerdem noch eine zusätzliche Art des Flüssigkeitsinhalts wichtig, nämlich der Flüssigkeitsinhalt in den in Figur 1 nicht dargestellten Sammeln und Verteilern. Besonders der Flüssigkeitsinhalt in den Sammeln ist von entscheidender Bedeutung.

Wie bereits erwähnt, zeichnet sich die zyklische Fahrweise mit einer Multivesselstruktur dadurch aus, dass die einzelnen Behälter entleert werden und der gesamte Flüssigkeitsinhalt der Produktbehälter in die Produktionstanks umgepumpt wird. Wird das für alle Produktbehälter durchgeführt, wobei der Sumpfbereich einer Rektifikationskolonne hier als Produktbehälter verstanden wird, so wird im Laufe des Entleerens die Energiezufuhr im Verdampfersystem zwangsläufig unterbrochen. Infolge der stark verringerten Flüssigkeitsmenge im Sumpfbereich reißt nämlich der Umlaufstrom in Zwangsumlaufverdampfern, zum Beispiel in Fallfilmverdampfern, beziehungsweise in Naturumlaufverdampfern ab und kann nicht mehr aufrechterhalten werden. Damit werden die hydrodynamischen Verhältnisse innerhalb der Kolonne extrem gestört. Als Folge dieser Vorgänge bricht das Druckprofil innerhalb der Kolonne zusammen und der hydrodynamische Gleichgewichtszustand zwischen der aufsteigenden Dampfphase und der herabfließenden Flüssigphase kann nicht mehr weiter aufrecht erhalten werden. Als Ergebnis dieser Vorgänge strömt der gesamte Holdup in die einzelnen Produktbehälter und verschlechtert die Produktqualität. Dies ist besonders bei hohen Produktreinheiten relevant, da in diesem Fall die hohen Reinheitsanforderungen in den einzelnen Produktbehältern nicht mehr gewährleistet werden können. Damit ist die Herstellung von Produkten hoher Reinheit in der "Multivessel Batch Distillation" im industriellen Produktionsmaßstab nicht möglich, wenn das Verfahren nach dem Stand der Technik betrieben wird und die bekannten Anlagen verwendet werden.

Wird die "Multivessel Batch Distillation" im Labormaßstab durchgeführt, tritt dieses Problem beim Beenden des Verfahrens in der Regel nicht auf. Hier steht nicht eine hohe Produktausbeute, sondern vielmehr die Herstellung von Produktmustern vorgegebener hoher Reinheit im Vordergrund. Daher wird der Sumpfbehälter nur in einem relativ geringen Umfang entleert, um das Produktmuster zu erstellen, wobei das im Sumpfbehälter weiterhin vorhandene Produkt in ausreichender Menge

vorhanden ist, so dass die Wärmezufuhr weiterhin aufrecht erhalten wird und das oben genannte Problem beim Beenden des Verfahrens im industriellen Produktionsmaßstab nicht auftritt. Entsprechendes gilt für die Herstellung von Produktmustern durch teilweises Entleeren der anderen Produktbehälter.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, bei einer Anlage der eingangs genannten Art eine Möglichkeit zu schaffen, beim Betreiben der Anlage im industriellen Produktionsmaßstab mit hoher Sicherheit eine hohe Reinheit der gewonnenen Produkte bei gleichzeitig großen Produktausbeuten zu erzielen.

Diese Aufgabe wird bei der Anlage der eingangs genannten Art erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass eine Einrichtung zum wahlweisen Lenken der Flüssigkeit in den unterhalb des Kolonnenabschnitts angeordneten Produktbehälter oder an diesem Produktbehälter vorbei vorgesehen ist.

Auf diese Weise kann die Anlage wie folgt gefahren werden: Zunächst wird die Rektifikationskolonne unter totalem Rückfluss betrieben, wobei die genannte Einrichtung die Flüssigkeit in den Produktbehälter lenkt, wo die Flüssigkeit aufgefangen und zwischengespeichert und schließlich in die Kolonne zurückgeleitet wird. Ist ein stationärer Arbeitspunkt der Anlage erreicht, wobei die Produktqualität in den Produktbehältern den vorgegebenen Anforderungen entspricht, so können die Produktbehälter vollständig entleert werden, ohne dass der Holdup von oben nach unten in die Produktbehälter strömt und die Produktqualität verschlechtert, da die genannte Einrichtung nun umgeschaltet wird und die zurückströmende Flüssigkeit an den Produktbehältern vorbei leitet.

Insbesondere weist der den Holdup enthaltende Kolonnenabschnitt mindestens eine eingebaute Packung und/oder mindestens einen eingebauten Boden auf. Bevorzugt ist also eine moderne Füllkörperkolonne und gegebenenfalls eine Bodenkolonne.

Die genannte Einrichtung zum wahlweisen Lenken der Flüssigkeit kann, insbesondere je nach der Art des Produktbehälters, unterschiedlich ausgelegt sein. Wenn der unterhalb des Kolonnenabschnitts angeordnete Produktbehälter als Sumpfbehälter oder als Batchreaktor ausgebildet ist, wird vorgeschlagen, dass zwischen dem untersten Kolonnenabschnitt, zum Beispiel der untersten Packung der Rektifikationskolonne, und dem Sumpfbehälter bzw. dem Batchreaktor ein Sammler angeordnet ist, dessen Auslass mit einem Zusatzbehälter und mit dem Sumpfbehälter bzw. mit dem Batchreaktor verbunden ist, und dass die Einrichtung zum wahlweisen Lenken der Flüssigkeit eine erste Ventilanordnung aufweist. Wenn der Sumpfbehälter bzw. Batchreaktor entleert werden soll, wird die erste Ventilanordnung derart betätigt, dass der Holdup aus dem untersten Stoffaustausch-Bereich nicht mehr in den Sumpfbehälter bzw. in den Batchreaktor, sondern in den Zusatzbehälter

strömt und damit die hohe Qualität, insbesondere die hohe Reinheit, des Sumpfproduktes nicht beeinträchtigt.

Dabei ist es grundsätzlich möglich, dass auch während des Betriebes der Kolonne unter totalem Rücklauf die nach unten strömende Flüssigkeit vollständig durch den genannten Zusatzbehälter und aus diesem dann in den Sumpf fließt. Bevorzugt ist jedoch, dass während der ersten Phase des Verfahrens die nach unten strömende Flüssigkeit in üblicher Weise unmittelbar aus dem untersten Stoffaustauschbereich in den Sumpfbehälter fließt, wobei hier am Auslass des unterhalb der untersten Packung angeordneten Sammlers ein Ventil angeordnet ist. Zum Beenden des Verfahrens wird dieses Ventil geschlossen und ein anderes Ventil geöffnet, welches die Flüssigkeit über eine Nebenleitung in den Zusatzbehälter lenkt. Das Entsprechende gilt für einen Batchreaktor mit aufgesetzter Rektifikationskolonne. Es wird daher ausdrücklich vorgeschlagen, dass der Sammler über die erste Ventilanordnung einerseits mit dem Zusatzbehälter und andererseits mit dem Sumpfbehälter bzw. mit dem Batchreaktor verbunden ist. Dabei kann die erste Ventilanordnung aus einer Anordnung mehrerer Ventile oder aus einem einzigen Mehrwegeventil bestehen.

Die erfindungsgemäße Anlage lässt sich, wie bereits ausgeführt, nicht nur zum physikalischen Trennen von Stoffgemischen, sondern auch zum Durchführen von chemischen Reaktionen einsetzen, insbesondere auch als diskontinuierlich arbeitender Reaktor mit einer aufgesetzten Rektifikationskolonne. Dabei entspricht der Sumpfbehälter einem diskontinuierlichen Kesselreaktor, zum Beispiel einem Rührkesselreaktor. Eine Anlage mit einem Rührkesselreaktor und einer aufgesetzten Rektifikationskolonne nach dem Stand der Technik ist beispielsweise in der EP 0 464 045 B1 (Henkel KGaA) beschrieben. Hier ist die Rektifikationskolonne jedoch nicht zur Durchführung der "Multivessel Batch Distillation" ausgelegt.

Zur erfindungsgemäßen Herstellung eines im mittleren Bereich der Kolonne anfallenden Produktes hoher Qualität wird für die erfindungsgemäße Anlage vorgeschlagen, dass die im mittleren Kolonnenabschnitt nach unten strömende Flüssigkeit über eine zweite Ventilanordnung in einen zweiten Produktbehälter, dessen Auslass mit dem tiefer liegenden Kolonnenabschnitt verbunden ist, oder in eine den zweiten Produktbehälter umgehende Bypassleitung lenkbar ist. Im Gegensatz zum Sumpfbereich dient hier der zusätzlich vorgesehene Behälter nicht als Auffangbehälter für den Holdup, sondern als Produktbehälter, welcher über entsprechende Ventile mit der Kolonne, also zum einen mit dem Auslass des oben liegenden Sammlers und zum anderen mit dem Einlass des unten liegenden Verteilers verbunden ist. Wesentlich ist hier die den zweiten Produktbehälter umgehende Bypassleitung, durch welche der Holdup beim Beenden des Verfahrens strömt, um den bereits angesammelten Inhalt im zweiten Produktbehälter nicht zu verunreinigen.

In entsprechender Weise können entlang der Kolonne mehrere Produktbehälter dieser Art, aber in unterschiedlichen Höhen, also unterhalb unterschiedlicher mittlerer Kolonnenabschnitte angeordnet sein, wobei die Inhalte der Produktbehälter in gleicher Weise vor dem beim Beenden des Verfahrens herabfließenden Holdup geschützt sind.

Hinsichtlich der Herstellung des Kopfproduktes mit der erfindungsgemäßen Anlage wird weiterhin vorgeschlagen, dass der Produktbehälter für das Kopfprodukt, nämlich der Destillatbehälter, über eine Zuflussleitung, insbesondere mit Kondensator, und eine Rückflussleitung mit dem Kopf der Kolonne verbunden ist.

Schließlich umfasst die Erfindung auch ein Verfahren zum Durchführen einer Rektifikation und/oder einer Reaktion in einer Anlage der genannten erfindungsgemäßen Art.

Zur Lösung der bereits oben genannten Aufgabe wird im erfindungsgemäßen Verfahren vorgeschlagen, dass man das Verfahren zunächst unter totalem Rückfluss betreibt und die Flüssigkeit zum Zwischenspeichern in die Produktbehälter lenkt und danach, also wenn die vorgegebene oder gewünschte Spezifikation, insbesondere die gewünschte Reinheit, erreicht ist, an den Produktbehältern vorbei lenkt und die Produktbehälter entleert.

Weitere Vorteile und Ausgestaltungen der Erfindung werden nachfolgend noch erläutert, wobei mehrere Ausführungsbeispiele der Erfindung, teilweise anhand von Zeichnungen, näher beschrieben werden. Es zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Darstellung einer Anlage zur "Multivessel Batch Distillation" nach dem Stand der Technik,
- Fig. 2 eine perspektivische Darstellung des mittleren Bereiches einer modernen Packungskolonne mit einer Packung der Firma Sulzer nach dem Stand der Technik,
- Fig. 3 eine schematische Darstellung einer Anlage zur "Multivessel Batch Distillation" gemäß der Erfindung in einem ersten Ausführungsbeispiel,
- Fig. 3a den unteren Teil der Anlage nach Fig. 3 nach einer anderen erfindungsgemäßen Variante,
- Fig. 4 eine schematische Darstellung einer erfindungsgemäßen Anlage in einem weiteren Ausführungsbeispiel mit einem Reaktor mit aufgesetzter Rektifikationskolonne.

In allen Zeichnungen haben gleiche Bezugszeichen die gleiche Bedeutung und werden daher gegebenenfalls nur einmal erläutert.

Ein Beispiel für eine Anlage zur "Multivessel Batch Distillation" nach dem Stand der Technik ist in Figur 1 schematisch dargestellt. Entlang einer gewöhnlichen Batchrektifikationskolonne 1 werden mehrere Produktbehälter 2, 3 angeordnet. Dabei wird der Sumpfbereich der Kolonne als Produktbehälter 4 für das Sumpfprodukt angesehen. Die innerhalb der Kolonne 1 durch die Packungen 5, 6, 7, 8 herunterströmende Flüssigkeit wird der Kolonne entnommen und in einen entsprechenden Produktbehälter 2, 3, 4 geleitet. Die Produkte selber sind in den Figuren mit den Bezugsziffern 2' für das Kopfprodukt, 3' für das im mittleren Behälter 3 zwischengespeicherte Produkt und 4' für das Sumpfprodukt bezeichnet. Im mittleren Bereich der Kolonne können auch mehrere Produktbehälter angeordnet werden. Nach dem Aufsammeln einer definierten Flüssigkeitsmenge in den Behältern 2, 3 wird anschließend ein Flüssigkeitsstrom aus den Behältern 2, 3 entnommen und über die Leitungen 9 (mit Ventil 10) und 11 wieder der Kolonne 1 zugeführt.

Damit wird eine Fahrweise mit totalem Rücklauf durchgeführt, denn es wird den einzelnen Produktbehältern 2, 3, 4 kein Produktstrom entnommen und in einen Produkttank geleitet. Nach einer Übergangszeit stellen sich in allen Produktbehältern 2, 3, 4 stationäre Zustände ein. Das bedeutet, dass die Produktqualität in den einzelnen Produktbehältern keinen zeitlichen Änderungen mehr unterworfen ist und näherungsweise konstant bleibt. Aus diesem Grund wird diese Art der Rektifikation in Unterscheidung zur konventionellen Fahrweise der Batchrektifikation auch "zyklische Fahrweise" genannt.

Entspricht die erreichte Qualität den Reinheitsanforderungen für die einzelnen Produkte, so wird die zweite Phase des Verfahrens eingeleitet, in welcher die Ventile 12, 13, 14 geöffnet und die Produkte 2', 3', 4' aus den einzelnen Produktbehältern 2, 3, 4 entnommen und in die Produkttanks 15, 16, 17 geleitet werden.

Weisen die Produktqualitäten in den einzelnen Produktbehältern 2, 3, 4 Abweichungen von der geforderten Produktqualität, insbesondere von der gewünschten Reinheit, auf, werden durch geeignete Änderungen der Verfahrensparameter die Produktmengen in den Produktbehältern 2, 3, 4 geringfügig geändert, ein neuer stationärer Zustand wird abgewartet und anschließend über die weitere Vorgehensweise entschieden.

Weiterhin sind in Fig. 1 ein an sich bekannter Kondensator 18 am Kopf der Kolonne 1 und der an sich bekannte Sumpferhitzer 19 eingezeichnet, welcher zum Beispiel als Zwangsumlaufverdampfer oder als Naturumlaufverdampfer ausgebildet sein kann.

Zum näheren Verständnis der Bedeutung der Menge des in den Sammeln einer Rektifikationskolonne gespeicherten Flüssigkeitsmenge, die beim Beenden der "Multivessel Batch Distillation" nach dem Stand der Technik zu erheblichen Problemen führt, ist in Figur 2 ein Ausschnitt aus einer üblichen Rektifikationskolonne dargestellt. Der Rückfluss vom Kondensator 18 wird über die Leitung 9 auf einen Verteiler 20 gegeben und rieselt von dort gleichmäßig über die Packung 21 nach unten. Die an der Unterseite der Packung 21 austretenden Flüssigkeitsmengen werden durch schräggestellte Blechlamellen, nämlich vom Sammler 22, aufgefangen und über einen Ringkanal 23 einem weiteren Verteiler 24 zugeführt, welcher die Flüssigkeit gleichmäßig auf die Oberseite der darunter angeordneten Packung 25 verteilt. Bei dem Lamellensammler 22 kann es sich beispielsweise um einen Sammler des Typs SLR der Fa. Sulzer handeln. Zum Einspeisen des flüssigen Feed ist eine weitere Leitung 26 im mittleren Bereich der Kolonne vorgesehen, die in den Ringkanal 23 mündet.

Eine erfindungsgemäße Anlage ist schematisch in Fig. 3 dargestellt, welche eine Rektifikationskolonne 1 zum Trennen eines Flüssigkeitsgemisches zeigt.

Neben den an sich bekannten Elementen, die bereits bei der Beschreibung der Anlage in Figur 1 erläutert wurden, werden nun die neuen erfindungsgemäßen Merkmale und Elemente im Einzelnen genannt. Statt des einen Produktbehälters 3 können im mittleren Bereich der Kolonne 1 natürlich auch mehrere Produktbehälter 3 entlang der Kolonne vorgesehen sein. Erfindungsgemäß sind bestimmte Einrichtungen vorgesehen, die das Vermischen der Inhalte in den Produktbehältern 3, 4 mit den Flüssigkeitsmengen auf den Schüttungen, Packungen 5, 6, 7, 8, in den Sammeln 22, 30 und Verteilern 20, 24 verhindern.

Zum einen wird im Bereich des Produktbehälters 3 parallel zur Produktleitung 11 eine Zusatzleitung 27 installiert, welche mit einem Ventil 28 abgesperrt werden kann. Mit einem weiteren Ventil 29 kann der Produktbehälter 3 vor der in Kolonne 1 herabfließenden Flüssigkeit gesichert werden. Zwischen dem Auslass des Produktbehälters 3 und dem Verteiler 24 ist außerdem ein Zusatzventil 37 angeordnet. Im erreichten stationären Arbeitspunkt der Anlage, wenn die vorgegebene Produktqualität im Produktbehälter 3 erreicht ist, werden die Ventile 29 und 37 geschlossen und das Ventil 28 geöffnet, so dass die Flüssigkeit aus dem Sammler 22 direkt auf den Verteiler 24 fließt und nicht in den Produktbehälter 3 gelangt. Nach dem Öffnen des Ventils 13 wird dann der Produktbehälter 3 in den Produkttank 16 entleert.

Zum anderen ist im untersten Bereich der Kolonne eine andersartige Ausgestaltung dargestellt, die das Vermischen des Sumpfproduktes mit dem Flüssigkeitsinhalt auf den darüber liegenden Packungen 7, 8 sowie in dem Verteiler 24 und den weiter oben liegenden Einrichtungen der Kolonne verhindert. Das im mittleren Bereich der Kolonne vorgeschlagene Umleiten des Flüssigkeitsstromes aus der Kolonne als Rücklaufstrom unmittelbar wieder zurück in die Kolonne ohne den Umweg über

den Produktbehälter kann hier natürlich nicht realisiert werden, da in diesem Fall der Flüssigkeitsstrom in den Kolonnensumpf gelangen und dort das Sumpfprodukt 4' verunreinigen würde. Stattdessen wird hier der Einbau eines zusätzlichen Sammlers 30 unterhalb der untersten Packung 8 vorgeschlagen. Der Sammler 30 fängt den gesamten Flüssigkeitsstrom auf, der ansonsten direkt in den Sumpfbehälter 4 gelangen würde.

Bis zum Erreichen des stationären Zustandes in allen Produktbehältern wird der gesamte Flüssigkeitsstrom, der den letzten Packungsabschnitt 8 verlässt und vom Sammler 30 aufgefangen wird, über die Leitung 31 und das geöffnete Ventil 32 in den Sumpfbehälter 4 geleitet. Nach dem Erreichen des stationären Arbeitspunktes in allen Produktbehältern wird kurz vor dem Entleeren aller Produktbehälter und auch des Sumpfbehälters 4 die aus dem Auslass des Sammlers 30 strömende Flüssigkeit über die Leitung 31 und ein geöffnetes Ventil 33 in einen Zusatzbehälter 34 geleitet, welcher den durch die Kolonne nach unten strömenden Holdup auffängt. Dabei ist natürlich das Ventil 32 geschlossen, um eine Verunreinigung des Sumpfproduktes 4' durch den Holdup zu verhindern. Das im Zusatzbehälter 34 aufgefangene Flüssigkeitsgemisch kann bei der nächsten Verfahrensdurchführung wieder mit dem neuen Feed vermischt und erneut aufgearbeitet werden. Vorteilhaft ist dabei, das keine Produktverluste in Kauf genommen werden müssen und eine besonders wirtschaftliche Fahrweise dadurch gewährleistet ist.

Alternativ, aber nicht bevorzugt, kann der Zusatzbehälter 34 auch derart installiert werden (Figur 3a), dass die gesamte vom Sammler 30 abgegebene Flüssigkeitsmenge immer zunächst in den Zusatzbehälter 34 fließt. Nach dem Erreichen des stationären Arbeitspunktes wird zuerst der Zusatzbehälter 34 in den Sumpfbehälter 4 entleert und dann das Ventil 36 geschlossen. Jetzt wird, wie in der bevorzugten Variante nach Figur 3, der Sumpfbehälter 4 in den Produkttank 17 durch Öffnen des Ventils 14 und Schließen des Ventils 38 entleert.

Am Kolonnenkopf (Fig. 3) ist außerdem eine Zusatzleitung 39 mit einem Ventil 40 vorteilhaft. Im stationären Arbeitspunkt der Anlage wird die Zusatzleitung 39 durch Öffnen des Ventils 40 und Schließen der Ventile 41, 42 in Betrieb genommen, damit der Inhalt des Produktbehälters 2 vor eventuellen Störungen geschützt ist, die seine Zusammensetzung verunreinigen könnten.

Die Erfindung umfasst auch den Sonderfall der "Multivessel Batch Distillation", bei welchem eine Kolonne mit nur einem Destillatbehälter 2 und einem Sumpfproduktbehälter 4 als Produktbehälter vorgesehen sind und wobei der oder die so genannten Mittelbehälter 3 fehlen. Typisch für solche Anordnungen sind insbesondere die an sich bekannten Batchreaktoren mit einer aufgesetzten Kolonne, wie sie beispielsweise in Fig. 4 in einer erfindungsgemäßen Ausgestaltung schematisch dargestellt sind. Der Produktbehälter 4 für das Sumpfprodukt ist hier als Rührkesselreaktor 35 ausgebildet. Der andere Produktbehälter in Figur 4 ist der Destillatbehälter 2. Wegen der genannten

Vorteile wird die in Figur 4 dargestellte Anlage unter totalem Rücklauf betrieben. Die aufgesetzte Rektifikationskolonne dient auch zur Entfernung des Eduktüberschusses nach der erfolgten Reaktion. Ein Beispiel für eine derartige Reaktion ist die Herstellung eines Esters aus einer organischen Säure und einem Alkohol, wie sie zum Beispiel in der bereits genannten EP 0 464 045 B1 als Beispiel beschrieben wird. In vielen Fällen ist die Wertkomponente ein relativ schwer flüchtiges Produkt, aus dem die Leichtsieder abzutrennen sind.

Um nach dem Beenden der Reaktion den Inhalt im Reaktor, welcher in vielen Fällen die Wertkomponente enthält, vor dem Holdup der Kolonne 1 zu schützen, wird eine entsprechende Anordnung im Sumpfbereich wie in Figur 3 vorgeschlagen. Nach dem Entfernen der Leichtsieder, die im Produktbehälter 2 gesammelt werden, wird das Ventil 32 geschlossen und das Ventil 33 geöffnet, so dass der Flüssigkeitsinhalt aus der Kolonne 1 über den Sammler 30 und die Leitung 31 nicht mehr in den Rührkesselreaktor 35, sondern über das Ventil 33 in den Zusatzbehälter 34 geleitet wird.

Die Anlage nach Fig. 4 eignet sich besonders für Sumpfprodukte hoher Reinheit, welche durch das Vermischen mit dem aus der Kolonne 1 herabfließenden Flüssigkeitsstrom Qualitätseinbußen erleiden würden. Damit wird der weitere Vorteil erreicht, dass ein Destillationsschritt zur Entfernung der vom Holdup stammenden Leichtsieder aus dem Sumpfprodukt eingespart werden kann.

Im Folgenden wird die Vorgehensweise im Kopfbereich der Anlage nach Fig. 4 während der Reaktion im einzelnen erläutert:

Es werde die allgemeine Reaktion



betrachtet. Als Beispiel kann hier eine Veresterungsreaktion dienen, wobei A Alkohol, B Säure, C Ester und D Wasser bedeutet. Nimmt man vereinfachend an, dass A, B, C, D vollständig mischbar sind, liegt ein homogenes Gemisch vor. Die Kolonne dient zur laufenden Entfernung von Wasser (Komponente D) aus dem Reaktionsgemisch bei minimalen Verlusten an den Komponenten A, B und C. Dadurch wird das Reaktionsgleichgewicht im Reaktor sehr vorteilhaft beeinflusst. Um die Investitionskosten zu minimieren, versucht man in der Praxis die Kolonnenhöhe zu minimieren. Da die beste Trennleistung bei totalem Rücklauf erreicht wird, bietet sich die folgende Fahrweise an (Fig. 4), wobei die Ventile 41, 42, 43 offen sind und das Ventil 40 geschlossen ist.

Alternativ sei die Reaktion



betrachtet, bei welcher ein leichtsiedendes Produkt C abzutrennen ist. Das Ziel ist hier, ein möglichst "reines" Produkt C im Destillatbehälter 2 zu erhalten. Dazu sind zunächst die Ventile 41, 42, 43 geöffnet und das Ventil 40 ist geschlossen. Wenn sich im wesentlichen die gesamte Menge an Produkt C im Produktbehälter 2 angesammelt hat und allmählich auch unerwünschte Nebenprodukte der Reaktion abdestilliert werden und ebenfalls in den Produktbehälter 2 zu gelangen drohen, wird die Zusatzleitung 39 durch Öffnen des Ventils 40 in Betrieb genommen und die Ventile 41, 42 geschlossen. Das Ventil 43 bleibt natürlich offen. Auf diese Weise wird der Inhalt des Produktbehälters 2 vor abdestillierten Nebenprodukten und vor der überschüssigen Komponente A oder B geschützt.

Eine Alternative zur Zusatzleitung 39 wäre eine an sich bekannte Umschaltung auf einen parallel angeordneten weiteren Behälter 44 mittels einer anderen Zusatzleitung 45. Der weitere Behälter 44 und die andere Zusatzleitung 45 mit den Ventilen sind in Figur 4 gestrichelt eingezeichnet.

Nach dem Beenden der Reaktion $A + B \leftrightarrow C + D$ wird das im Behälter 2 angesammelte Reaktionswasser D entfernt, soweit das Wasser nicht bereits schon während der Reaktion aus dem Behälter 2 entfernt worden ist, und es erfolgt das Abdestillieren des Überschusses der Komponente A oder B aus dem Reaktionsgemisch, um das Wertprodukt C mit möglichst hoher Reinheit zu erhalten. Der Überschuss an der Edukt-Komponente A oder B wird im Produktbehälter 2 gesammelt, der die Funktion einer Destillatvorlage hat. Dabei wird eine möglichst hohe Konzentration (Reinheit) des Inhaltes im Produktbehälter 2 angestrebt, da diese Komponente in der Regel in den Reaktor zurückgeführt und bei der nächsten Charge wieder eingesetzt wird. Eine möglichst hohe Konzentration erlaubt es, bei der nächsten Charge eine hohe Raum-Zeit-Ausbeute im Reaktor zu erreichen.

Während der Abdestillation des Überschusses der Komponente A oder B nach dem Beenden der Reaktion sind die Ventile 41, 42, 43 geöffnet und das Ventil 40 geschlossen.

Nach dem Erreichen der gewünschten Zusammensetzung im Produktbehälter 2 wird in folgender Reihenfolge vorgegangen:

1. Die Ventile 41, 42 werden geschlossen und das Ventil 40 in der Zusatzleitung 39 wird geöffnet, wobei das Ventil 43 natürlich offen bleibt.

2. Dann wird zum Schutz des Wertproduktes C das Ventil 33 geöffnet und das Ventil 32 geschlossen.
3. Der Inhalt des Batchreaktors 35, nämlich das Wertprodukt C, wird nun in einen in Figur 4 nicht dargestellten Produkttank gepumpt.
4. Der Inhalt des Zusatzbehälters 34 wird in den Batchreaktor 35 umgepumpt.
5. Der Inhalt des Produktbehälters 2 wird ebenfalls in den Batchreaktor 35 umgepumpt.
6. Die nächste Charge wird mit der Dosierung der Ausgangskomponenten A und B begonnen.

Zusammenfassend kann daher folgendes festgestellt werden: Die Anlage nach Figur 4 besteht aus einem Reaktor 35 und einer Kolonne 1. In der ersten Phase des Verfahrens erfolgt eine mit einer Destillation gekoppelte Reaktion, zum Beispiel eine Veresterung mit einem Abdestillieren von Wasser. In der zweiten Phase des Verfahrens erfolgt nur eine Destillation, zum Beispiel das Abdestillieren des Überschusses an Edukten. In der zweiten Phase verhält sich die Anlage also wie bei einer konventionellen Batch-Destillation. Der Unterschied liegt hier im ungewöhnlich großen Sumpfbereich, der vom Reaktor gebildet wird. Bei der konventionellen Batch-Destillation ist der Sumpfbehälter jedoch kein Reaktor.

Versuchsbeispiel gemäß der Erfindung

In einer Anlage entsprechend Figur 3 wurde ein erfindungsgemäßes Versuchsbeispiel gefahren. In der Kolonne mit einem Durchmesser von 70 mm waren zwei Packungen vom Typ BX der Firma Sulzer mit einer Höhe von jeweils 1 m angeordnet. Jede dieser Packungen entsprach 5 bis 6 theoretischen Böden. Die Kolonne wurde mit einem Kopfdruck von 10 bis 20 mbar betrieben, wobei der Druckverlust über der Kolonne 4 bis 8 mbar betrug. Die Sumpftemperatur lag bei 130 bis 140 °C. Anstelle eines Sammlers wurde ein üblicher Rückflussteiler (Fa. Normag) mit elektromagnetischer Bedienung verwendet.

Eingesetzt wurde 2,9 kg eines Testgemisches aus Fettalkoholen mit der folgenden Zusammensetzung:

C6: 24,8 %,
C8: 26,0 %,
C10: 49,2 %.

Nach 2,5 h Verfahrensdauer wurde ein stationärer Zustand erreicht. Das heißt, die mit einem Gaschromatographen gemessenen Zusammensetzungen der 3 Produkte, nämlich des Kopfproduktes, des Mittelproduktes und des Sumpfproduktes, änderten sich nicht mehr.

Vor dem Entleeren wurden die Produktbehälter erfindungsgemäß vor dem nach unten fließenden Holdup geschützt. Die experimentell erzielten Produktzusammensetzungen betragen:

C6: 98,8 %,
C8: 98,1 %,
C10: 99,5 %,

wobei die 3 Produkte mit einem Gaschromatographen analysiert wurden.

Diese hohen Produktreinheiten, die auf lediglich 5 bis 6 theoretischen Böden erzielt wurden, sind auf die Fahrweise mit totalem Rücklauf zurückzuführen, die die höchst mögliche Systemtrennleistung gewährleistet, sowie auf die erfindungsgemäße Anordnung zum Schutz der Produkte vor dem nach unten fließenden Holdup.

Bezugszeichenliste

- 1 Batchrektifikationskolonne
- 2 Produktbehälter für 1. Produkt
- 2' Kopfprodukt
- 3 Produktbehälter für 2. Produkt
- 3' 2. Produkt
- 4 Produktbehälter für Sumpfprodukt (3. Produkt), Sumpfbehälter
- 4' Sumpfprodukt
- 5 Packung (Kolonnenabschnitt)
- 6 Packung (Kolonnenabschnitt)
- 7 Packung (Kolonnenabschnitt)
- 8 Packung (Kolonnenabschnitt)
- 9 Leitung für Destillat (Kondensat)
- 10 Ventil
- 11 Leitung
- 12 Ventil
- 13 Ventil
- 14 Ventil
- 15 Produkttank für 1. Produkt
- 16 Produkttank für 2. Produkt
- 17 Produkttank für 3. Produkt (Sumpfprodukt)
- 18 Kondensator
- 19 Sumpferhitzer
- 20 Verteiler
- 21 Packung
- 22 Sammler
- 23 Ringkanal
- 24 Verteiler
- 25 Packung
- 26 Leitung für Feed
- 27 Zusatzleitung
- 28 Ventil
- 29 Ventil
- 30 Sammler
- 31 Leitung
- 32 Ventil
- 33 Ventil

- 34 Zusatzbehälter
- 35 Rührkesselreaktor, Batchreaktor
- 36 Ventil
- 37 Zusatzventil
- 38 Ventil
- 39 Zusatzleitung
- 40 Ventil
- 41 Ventil
- 42 Ventil
- 43 Ventil
- 44 weiterer Behälter
- 45 andere Zusatzleitung

Patentansprüche

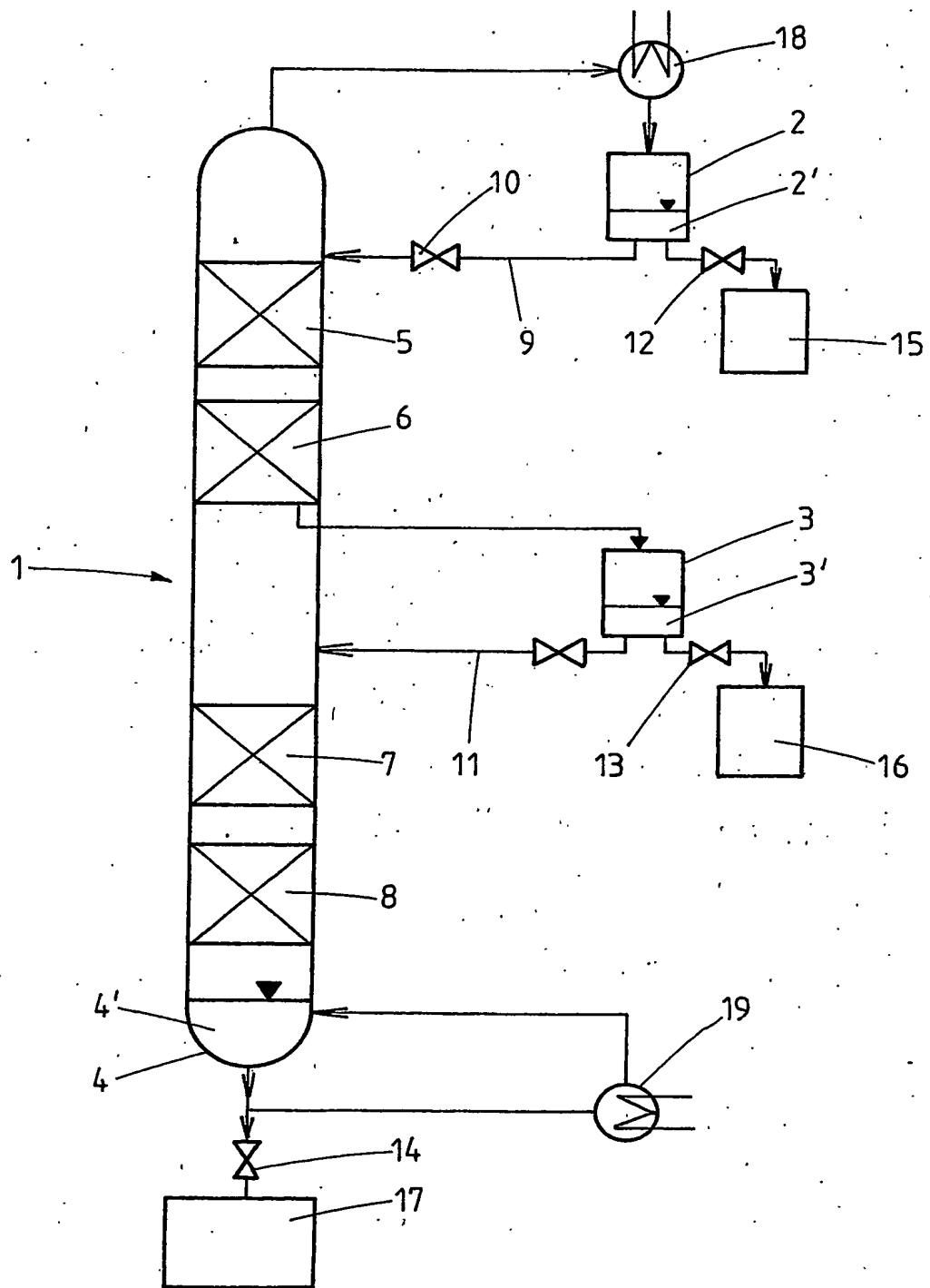
1. Anlage zum Durchführen einer diskontinuierlichen Rektifikation in einer Rektifikationskolonne (1) oder zum Durchführen einer chemischen Reaktion in einem Batchreaktor (35) mit einer aufgesetzten Rektifikationskolonne (1), wobei die Rektifikationskolonne (1) unter totalem Rückfluss betreibbar ist und mindestens einen Kolonnenabschnitt (5; 6; 7; 8) zum Stoffaustausch, mindestens einen unterhalb des Kolonnenabschnitts (5; 6; 7; 8) angeordneten Produktbehälter (3; 4; 35) zum Auffangen und Zwischenspeichern der durch den Kolonnenabschnitt (5; 6; 7; 8) nach unten gestromten Flüssigkeit und mindestens einen weiteren Produktbehälter (2) zum Auffangen und Zwischenspeichern des Kopfprodukts (2') aufweist, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine Einrichtung (27, 28; 30 - 34) zum wahlweisen Lenken der Flüssigkeit in den unterhalb des Kolonnenabschnitts (5; 6; 7; 8) angeordneten Produktbehälter (3; 4; 35) oder an diesem Produktbehälter vorbei vorgesehen ist.
2. Anlage nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Kolonnenabschnitt (5; 6; 7; 8) mindestens eine eingebaute Packung und/oder mindestens einen eingebauten Boden aufweist.
3. Anlage nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der unterhalb des Kolonnenabschnitts (5; 6; 7; 8) angeordnete Produktbehälter (4) als Sumpfbehälter oder als Batchreaktor (35) ausgebildet ist und dass zwischen dem untersten Kolonnenabschnitt (8) und dem Sumpfbehälter (4) bzw. dem Batchreaktor (35) ein Sammler (30) angeordnet ist, dessen Auslass mit einem Zusatzbehälter (34) und mit dem Sumpfbehälter (4) bzw. mit dem Batchreaktor (35) verbunden ist, und dass die Einrichtung zum wahlweisen Lenken der Flüssigkeit eine erste Ventilanordnung (32, 33) aufweist.
4. Anlage nach dem vorhergehenden Anspruch, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Sammler (30) über die erste Ventilanordnung (32, 33) einerseits mit dem Zusatzbehälter (34) und andererseits mit dem Sumpfbehälter (4) bzw. mit dem Batchreaktor (35) verbunden ist.
5. Anlage nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die im mittleren Kolonnenabschnitt (5, 6) nach unten strömende Flüssigkeit über eine zweite Ventilanordnung (28, 29) in einen zweiten Produktbehälter (3), dessen Auslass mit dem tiefer liegenden Kolonnenabschnitt (7) verbunden ist, oder in eine den zweiten Produktbehälter (3) umgehende By-passleitung (27) lenkbar ist.

6. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Produktbehälter (2) für das Kopfprodukt (2') über eine Zuflussleitung, insbesondere mit Kondensator (18), und eine Rückflussleitung (9) mit dem Kopf der Kolonne verbunden ist.
7. Verfahren zum Durchführen einer Rektifikation und/oder einer Reaktion in einer Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass man das Verfahren zunächst unter totalem Rückfluss betreibt und die Flüssigkeit zum Zwischenspeichern in die Produktbehälter (2; 3; 4; 35) lenkt und danach an den Produktbehältern (2; 3; 4; 35) vorbei lenkt und die Produktbehälter (2; 3; 4; 35) entleert.

Zusammenfassung

Die Anlage ist geeignet zum Durchführen einer diskontinuierlichen Rektifikation in einer Rektifikationskolonne (1) oder zum Durchführen einer chemischen Reaktion in einem Batchreaktor (35) mit einer aufgesetzten Rektifikationskolonne (1), wobei die Rektifikationskolonne (1) unter totalem Rückfluss betreibbar ist und mindestens einen Kolonnenabschnitt (5; 6; 7; 8) zum Stoffaustausch, mindestens einen unterhalb des Kolonnenabschnitts (5; 6; 7; 8) angeordneten Produktbehälter (3; 4; 35) zum Auffangen und Zwischenspeichern der durch den Kolonnenabschnitt (5; 6; 7; 8) nach unten geströmten Flüssigkeit und mindestens einen weiteren Produktbehälter (2) zum Auffangen und Zwischenspeichern des Kopfprodukts (2") aufweist. Eine Einrichtung (27, 28; 30 - 34) zum wahlweisen Lenken der Flüssigkeit in den unterhalb des Kolonnenabschnitts (5; 6; 7; 8) angeordneten Produktbehälter (3; 4; 35) oder an diesem Produktbehälter vorbei ist vorgesehen. Beim Betreiben der Anlage im industriellen Produktionsmaßstab wird mit hoher Sicherheit eine hohe Reinheit der gewonnenen Produkte bei gleichzeitig großen Produktionsausbeuten erzielt.

Als Zeichnung für die Zusammenfassung wird Fig. 3 vorgeschlagen.



Stand der Technik

FIG.1

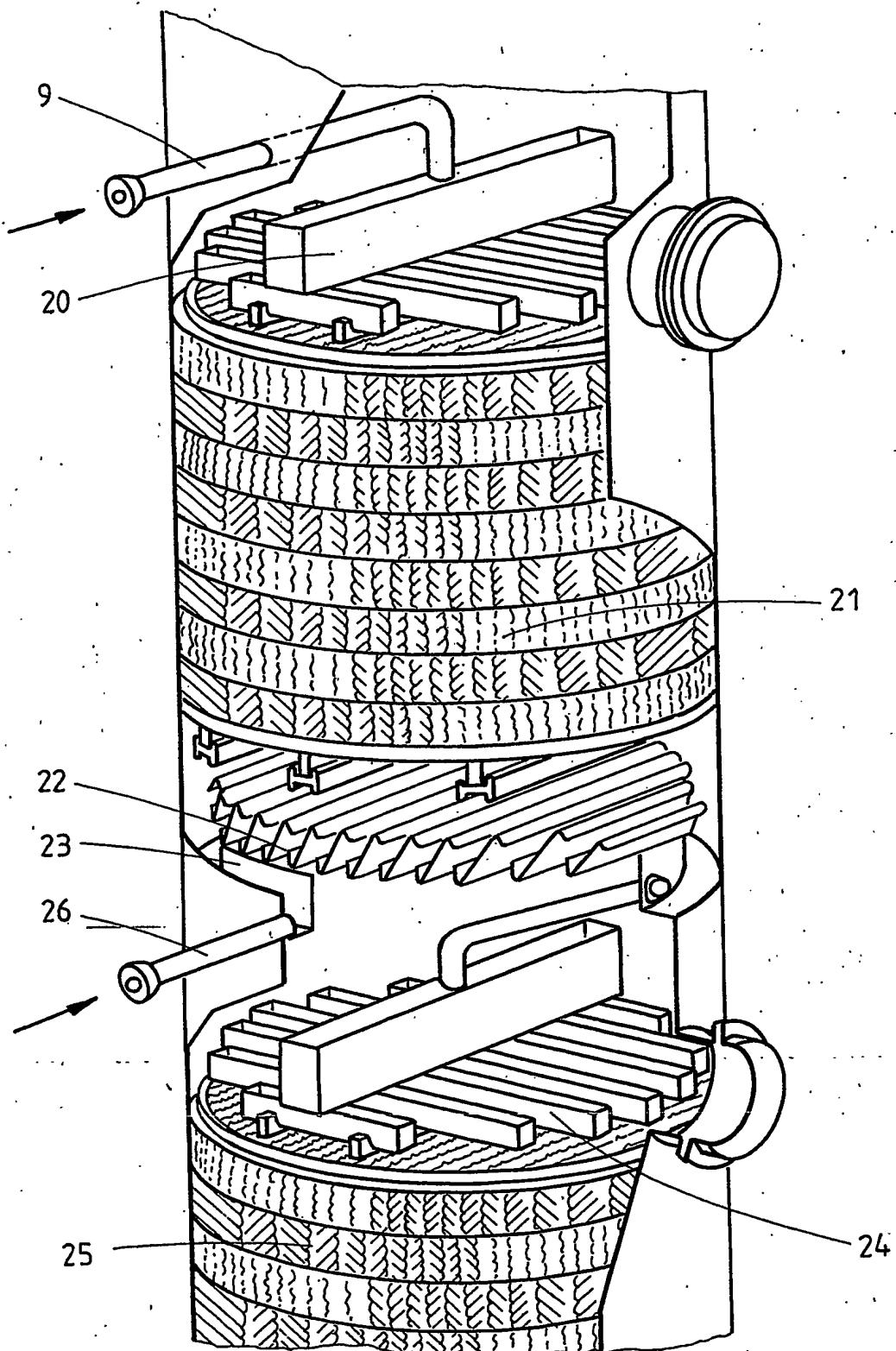


FIG.2
Stand der Technik

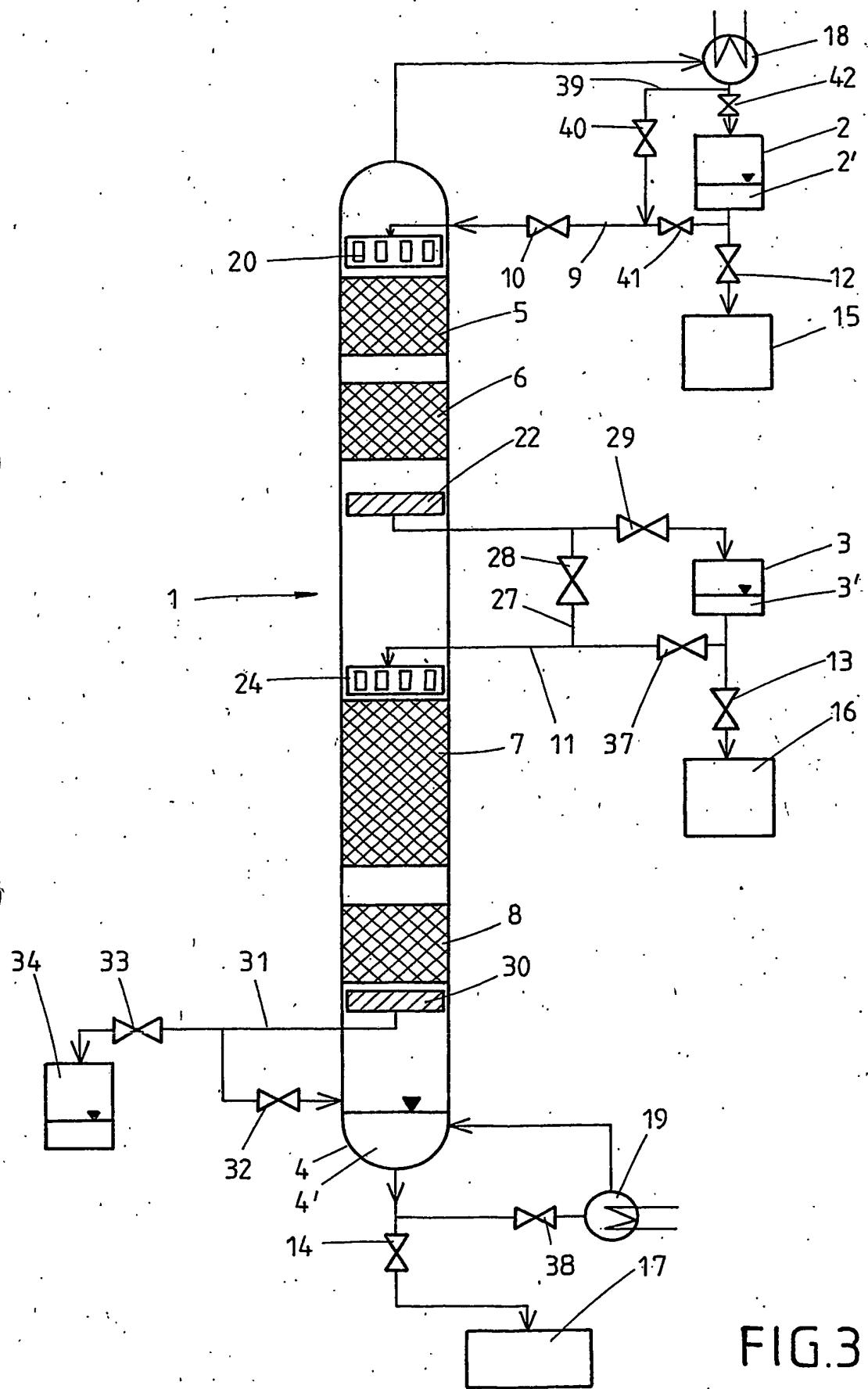


FIG.3

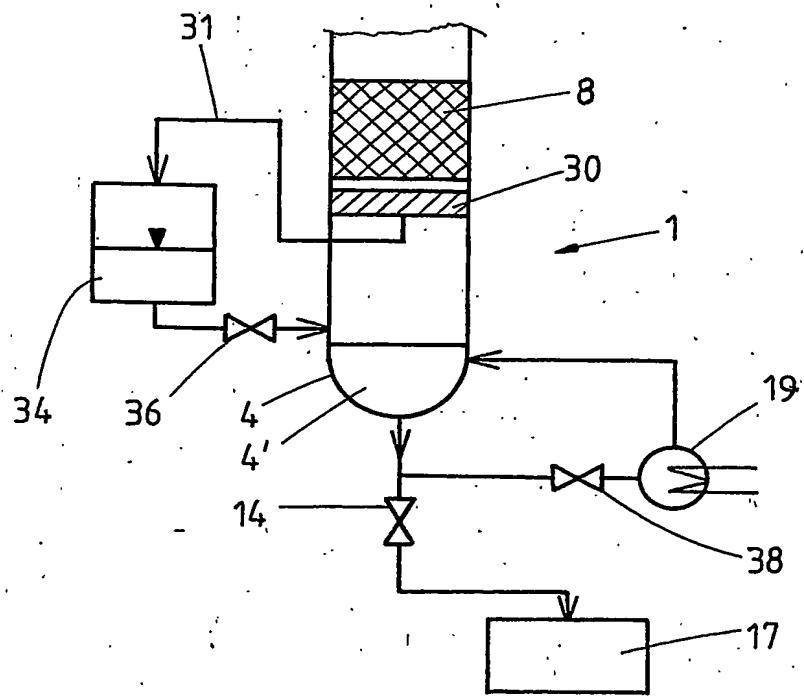


FIG. 3a

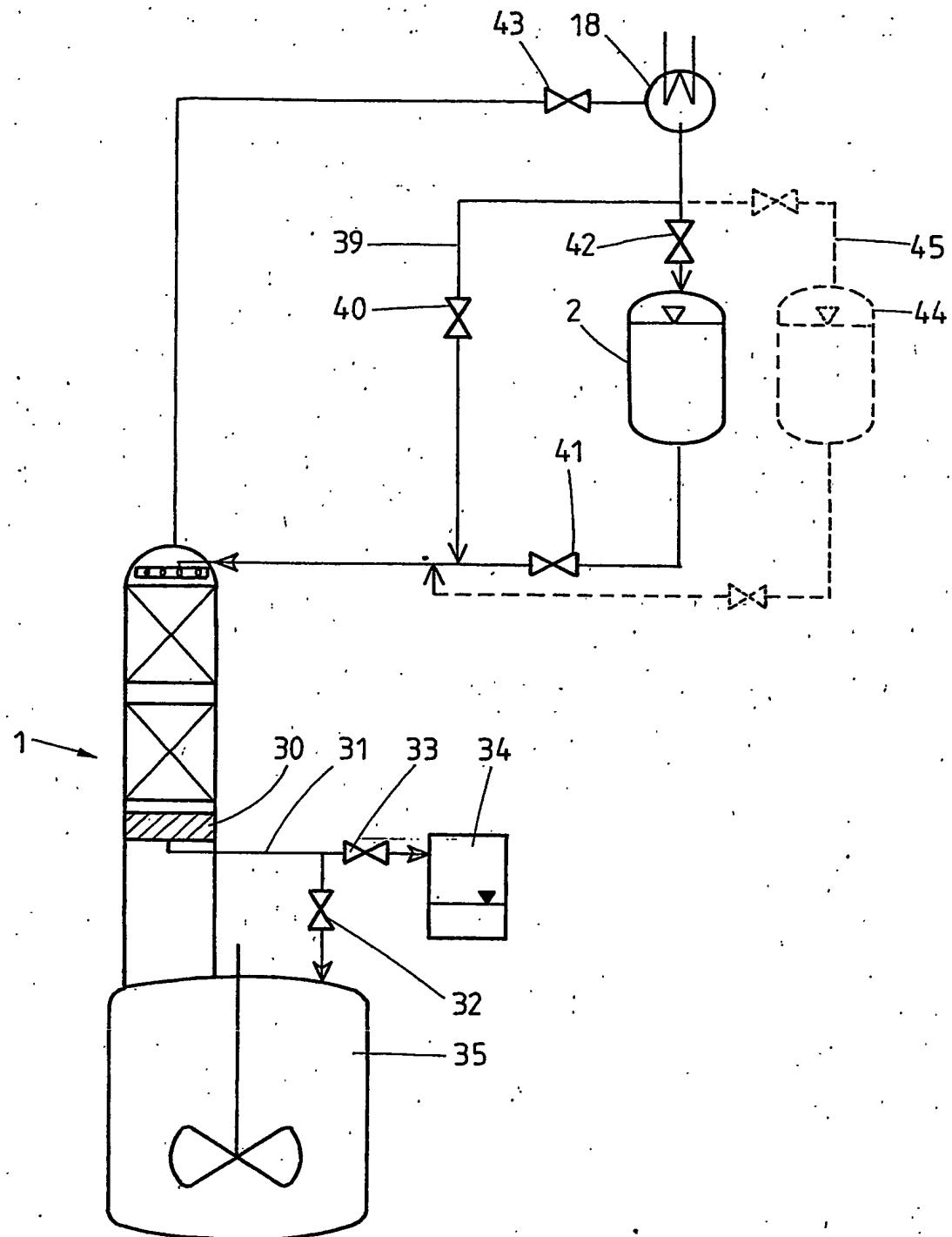


FIG. 4

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.